

**PRODUCTION OF MOLYBDENUM SINTERED BODY**

**Patent number:** JP9059725  
**Publication date:** 1997-03-04  
**Inventor:** MURAOKA KENJI  
**Applicant:** SUMITOMO METAL MINING CO  
**Classification:**  
- **international:** C22C1/04; B22F3/10  
- **european:**  
**Application number:** JP19950236080 19950822  
**Priority number(s):** JP19950236080 19950822

**Report a data error here**

**Abstract of JP9059725**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To produce a small-size sintered body of complicated shape without causing internal defects by mixing a binder with a molybdenum powder of specific grain size and specific tap density, kneading them, subjecting the resultant kneaded material to injection molding into a metal mold, and then sintering the resultant green molded body. **SOLUTION:** The average grain size of the molybdenum powder as raw material is regulated to  $2\text{--}35\mu\text{m}$  and also its tap density is regulated to  $\geq 3.8\text{g/cm}^3$ . The powder of  $<2\mu\text{m}$  average grain size is expensive and that of  $>35\mu\text{m}$  average grain size causes deterioration in the flowability of the kneaded material. When the tap density of the powder is  $<3.8\text{g/cm}^3$ , injection molding cannot be done unless the amount of binder in the kneaded material is increased. However, if the amount of binder is increased, binder removing treatment is made difficult and the size and shape of the green molded body become abnormal and, further, the density of the sintered body becomes lowered. The molybdenum powder of the above conditions can be obtained by subjecting a commercial molybdenum powder to classification and then to crushing by means of a ball mill.

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 出願公開番号

特開平9-59725

(43)公開日 平成9年(1997)3月4日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 2 C	1/04		C 2 2 C	1/04 D
B 2 2 F	3/10		B 2 2 F	3/10 F

審査請求 未請求 請求項の数1 F D (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平7-236080

(22)出願日 平成7年(1995)8月22日

(71)出願人 000183303

住友金属鉱山株式会社

東京都港区新橋5丁目11番3号

(72)発明者 村岡 健二

千葉県市川市中国分3-18-5 住友金属

鉱山株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 押田 良久

(54)【発明の名称】 モリブデン焼結体の製造方法

(57)【要約】

【課題】 小型、複雑形状のモリブデン焼結体を欠陥の発生すること無く、量産性に優れ、安価な製品を製造可能とする製造方法を提供する。

【解決手段】 モリブデン粉末原料に可塑性材料を含むバインダーを混練して、該混練物を金型内に射出してグリーン成形体とし、該グリーン成形体より前記バインダーを除去してのち、焼結処理することによりモリブデン焼結体を製造するに際し、前記原料とするモリブデン粉末の平均粒径を2~35 $\mu$ mとし、かつタップ密度を3.8g/cm<sup>3</sup>以上とすることを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 モリブデン粉末原料に可塑性材料を含むバインダーを混練してなる混練物を金型内に射出してグリーン成形体とし、該グリーン成形体より前記バインダーを除去した後、焼結処理することによりモリブデン焼結体を製造する方法において、原料とするモリブデン粉末の平均粒径を $2\sim 35\mu\text{m}$ とし、かつタップ密度を $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上とすることを特徴とするモリブデン焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、モリブデン粉末を原料とする射出成形冶金法により、特に小型、複雑形状のモリブデン焼結体を得るのに適したモリブデン焼結体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】モリブデン焼結体は、機械的強度並びに熱伝導性に優れているところから、半導体の放熱基板やヒートシンク等に広く利用されている。近年においては、さらに、マイクロプロセッサや超小型演算処理装置を対象とした小型、複雑形状のモリブデン製品に対する需要が高まっている。このような市場の情勢に対して、従来は同じくモリブデン粉末を原料として、この原料をプレス機械で成形処理し、ついで得られた成形体を焼結して焼結体とし、さらにこの焼結体を切削、研磨して目的とする製品を得ていた。

【0003】しかしながら、上記の製造方法においては、特に近年要求されるようになった複雑形状の製品を効率よく供給することは容易でなく、製造コストの思わぬ高騰を呼ぶと共に、生産性の悪化が課題とされていた。さらに、ステンレス鋼、Fe-Ni-C系合金、及びTi等を原料とする粉末を利用して製品を得るように、モリブデン粉末を射出成形し、この成形体を焼結して製品とする方法の利用も考えられる。しかしながら、モリブデン粉末には二次粒子が多く存在し、タップ密度が極端に小さいため、市販のモリブデン粉末をそのまま射出成形法で処理しようとすると、非常に多くのバインダーを混練しなければ製品が得られず、したがって、バインダーの除去工程や焼結工程において思いも掛けぬ処理時間を必要とし、現実には安定した製品を供給することは容易でなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、以上に記述したような事態に鑑みてなされたものであって、小型、複雑形状のモリブデン焼結体を欠陥の発生することなく、量産性に優れ、安価な製品を製造可能とするモリブデン焼結体の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、上記の課題を解決するため、モリブデン粉末原料に可塑性材料を含む

バインダーを混練してなる混練物を金型内に射出してグリーン成形体とし、該グリーン成形体より前記バインダーを除去した後、焼結処理することによりモリブデン焼結体を製造する方法において、原料とするモリブデン粉末の平均粒径を $2\sim 35\mu\text{m}$ とし、かつタップ密度を $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上とするモリブデン焼結体の製造方法の特徴とするものである。

【0006】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態に関して、以下に詳述する。

【0007】本発明の実施に際して、モリブデン粉末を原料とし、該原料に可塑性材料を含むバインダーを混練し、該混練物を金型内に射出してグリーン成形体とし、該グリーン成形体より前記バインダーを除去した後、焼結処理することによりモリブデン焼結体を製造するが、該方法において、原料とするモリブデン粉末の平均粒径を $2\sim 35\mu\text{m}$ とし、モリブデン粉末のタップ密度を $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上と規定するものである。この場合、平均粒径 $2\mu\text{m}$ 未満のモリブデン粉末を原料として使用しようとする、該粉末原料の生産性が格段に低下して、原料価格を必要以上に高価なものにするため好ましくない。

【0008】また、平均粒径が $35\mu\text{m}$ を超えたモリブデン粉末を原料として用いた場合は、混練物の流動性が低下することにより、射出されたグリーン成形体の成形性が劣化して来ると共に、製品の寸法精度が著しく低下するので好ましくない。

【0009】さらに、タップ密度が $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 未満の原料を用いる場合は、混練物中のバインダー量を体積率として70%以上に保たないと射出成形が不能となるため、原料に対するバインダーの添加量が著しく多くなり、次工程のバインダー除去処理を非常に困難にさせる上、グリーン成形体の寸法、形状に異常を生じさせ、焼結体の密度も低下させる結果を生じるので、好ましくない。

【0010】なおタップ密度は上記した理由により $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上である必要があるが、 $6.8\text{g}/\text{cm}^3$ を超えても効果の上で差異がない。なおモリブデン元素(Mo)の密度は、 $10.22\text{g}/\text{cm}^3$ である。

【0011】本発明の実施に際して使用される、平均粒径が $2\sim 35\mu\text{m}$ で、タップ密度が $3.8\text{g}/\text{cm}^3$ 以上のモリブデン粉末は、平均粒径が $5\mu\text{m}$ を示す市販の安価なモリブデン粉末を分級した後、この分級した粉末をボールミルを用いて解砕することにより得られる。

【0012】また、使用される可塑性材を含むバインダーには、射出成形法を利用して粉末焼結品を得るために従来から利用されているバインダーの使用が可能である。例えば、低密度ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン酢酸共重合体、カルナバワックス、パラフィンワックス、ポリエチレンワックス、ステアリン酸等のバイ

ンダーが使用できる。

【0013】さらに、粉末原料とバインダーとを混練する場合にも、射出成形法を利用して粉末焼結品を得るために従来から利用されてきた装置を利用することが可能であり、例えば、万能混合攪拌機、二輪ニーダ等が利用できる。また、混練物を構成する粉末原料とバインダーとの混合割合は、選出されたバインダーにもよるが、重量%表示で、ほぼ92:8から90:10程度の混合割合で構成された混練物が利用される。

【0014】射出されたグリーン成形体を焼結する方法としては、射出成形法を利用して粉末焼結品を得るために従来から利用されてきた連続式またはバッチ式の焼結炉を用いた方法を利用することが可能で、例えば、金属製ヒーターの連続式焼結炉を用いて、グリーン成形体を水素雰囲気中で1750~1850℃の温度範囲に1~3時間の間保持した後、前記炉中で常温まで冷却して焼結品を得ることができる。

【0015】

【実施例】

【実施例1】東京タングステン(株)製の平均粒径が5μmのモリブデン粉末を分級して、粒径が20μm以上のモリブデン粉末を選び出し、このモリブデン粉末と直径が5mmの超硬合金製のボールとを1:2の容積比になるようにしてポリエチレン製のボツトに投入し、エタノール中で5時間の湿式ボールミル処理を行った。湿式ボールミル処理により得られたモリブデン粉末の平均粒径は8μm、タップ密度は5.8g/cm<sup>3</sup>、純度は99.2%であった。湿式ボールミル処理により得られたモリブデン粉末を原料粉末とし、低密度ポリエチレンと、ポリエチレンワックスと、カルナバワックスと、ステアリン酸とを、2:2:0.5:0.5の重量比割合で混合して得られた混合物をバインダーとし、上記原料粉末とバインダーとを重量比で92:8になるように配合し、この配合物を万能混合攪拌機を用いて180℃で1時間の間混練した。

【0016】このようにして得た混練物をペレット状に造粒し、厚さが5mm、幅が20mmの板状試料を射出成形した。この場合の射出圧力は75Mpa、射出温度は120℃とした。次に、上記の板状試料を窒素雰囲気中で、室温から400℃までを毎時20℃の割合で昇温して、板状試料からバインダーを除去する処理を行った。次いで、上記のバインダーを除去した板状試料を焼結炉に装填し、水素雰囲気中で、室温から1800℃までの間を毎分10℃の割合で昇温し、さらに1800℃にて3時間保持し、その後室温まで炉中で冷却して板状試料の焼結品を得た。

【0017】上記の板状試料の焼結品について、軟X線を用いた欠陥検査を行ったところ良好な結果が示された。また、板状試料の焼結品について、比重計によって測定した比重を真比重で除して求めた相対密度は98.

1%であって、良好な結果を示していた。さらに、示差膨脹方式の熱分析装置により測定した熱膨脹率は5.31×10<sup>-6</sup>/℃であった。上記の板状試料の焼結品から切り出され、JIS G4103に規定された試験片14号Bを用いて行った引張試験では、引張強さとして53.6kgf/mm<sup>2</sup>が計測された。

【0018】【実施例2】原料粉末の平均粒径を18μm、タップ密度を5.2g/cm<sup>3</sup>とし、原料粉末とバインダーとの混合比を、重量比で90:10とした以外は実施例1と同様にして処理した場合、軟X線を用いた欠陥検査を行ったところ良好な結果が示された。また、板状試料の焼結品について実施例1と同様に測定した相対密度は97.2%、熱膨脹率は5.34×10<sup>-6</sup>/℃、引張試験は53.3kgf/mm<sup>2</sup>を計測し、好ましい結果が得られた。

【0019】【実施例3】原料粉末の平均粒径を30μm、タップ密度を4.5g/cm<sup>3</sup>とし、原料粉末とバインダーとの混合比を、重量比で88:12とした以外は実施例1と同様にして処理した場合、軟X線を用いた欠陥検査を行ったところ良好な結果が示された。また、板状試料の焼結品について実施例1と同様に測定した相対密度は95.8%、熱膨脹率は5.42×10<sup>-6</sup>/℃、引張試験は52.8kgf/mm<sup>2</sup>を計測し、好ましい結果が得られた。

【0020】【比較例1】原料粉末の平均粒径を本発明に規定した範囲外の42μm、タップ密度も範囲外の3.2g/cm<sup>3</sup>とし、原料粉末とバインダーとの混合比を、重量比で83:17とした以外は実施例1と同様にして処理した場合、軟X線を用いた欠陥検査を行ったところ欠陥が示された。また、板状試料の焼結品について実施例1と同様に測定した相対密度は90.3%しかなく、上記の実施例1~3に示された本発明品について測定した結果と比較して劣っていた。さらに、熱膨脹率は5.26×10<sup>-6</sup>/℃、引張試験は僅かに33.1kgf/mm<sup>2</sup>を計測し、大幅な強度劣化が示された。

【0021】【比較例2】原料粉末の平均粒径を本発明に規定した範囲外の50μm、タップ密度も範囲外の3.1g/cm<sup>3</sup>とし、原料粉末とバインダーとの混合比を、重量比で83:17とした以外は実施例1と同様にして処理した場合、軟X線を用いた欠陥検査を行ったところ欠陥が示された。また、板状試料の焼結品について実施例1と同様に測定した相対密度は87.4%しかなく、上記の実施例1~3に示された本発明品について測定した結果と比較して劣っていた。さらに、熱膨脹率は5.51×10<sup>-6</sup>/℃、引張試験は僅かに31.8kgf/mm<sup>2</sup>を計測し、大幅な強度劣化が示された。

【0022】以上に示した通り、本発明の方法によるときは、充分な使用に耐えるモリブデン焼結品を提供することが容易になった。上記の実施例および比較例の結果をまとめて表1として示す。

【0023】

【表1】

	実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2
欠陥検査	良好	良好	良好	不良	不良
相対密度 (%)	98.1	97.2	95.8	90.3	87.4
熱膨張率 $\times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$	5.31	5.34	5.42	5.26	5.51
引張強さ $\text{kgf/mm}^2$	53.6	53.1	52.8	33.1	31.8

【0024】

【発明の効果】以上述べた通り、本発明を実施する場合には、上記のように市販されているモリブデン粉末を出発原料とし、このモリブデン粉末の二次粒子を解砕し、

平均粒径とタップ密度とを特定した粉末を原料粉末として利用することにより、従来は困難であった小型で複雑な形状をしたモリブデン焼結体を内部欠陥を持たず、強度も保持して安価に供給することが容易になった。